



日本国特許庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application:

1995年 9月22日

出願番号

Application Number:

平成 7年特許願第244109号

出願人

Applicant (s):

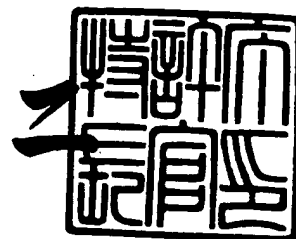
宇部興産株式会社

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

1996年 4月 5日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

清川 佑



【書類名】 特許願

【整理番号】 KT-P950909

【提出日】 平成 7年 9月22日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B22D 17/00
B22D 21/06

【発明の名称】 半溶融亜鉛合金の成形方法

【請求項の数】 6

【発明者】

【住所又は居所】 山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地
宇部興産株式会社 宇部機械製作所内

【氏名】 佐藤 智

【発明者】

【住所又は居所】 山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地
宇部興産株式会社 宇部機械製作所内

【氏名】 安達 充

【特許出願人】

【識別番号】 000000206

【氏名又は名称】 宇部興産株式会社

【代表者】 長廣 眞臣

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012254

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 半溶融亜鉛合金の成形方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の亜鉛合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の亜鉛合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、液中に微細な初晶を該亜鉛合金液中に晶出させ、該亜鉛合金を成形用金型に供給して加圧成形することを特徴とする半溶融亜鉛合金の成形方法。

【請求項2】 結晶核の生成方法は、液相線温度に対して過熱度を300℃未満に保持された合金溶湯を該合金の融点よりも低い温度の治具の表面に接触させることとする請求項1記載の半溶融亜鉛合金の成形方法。

【請求項3】 溶湯に接触させる治具は、金属製治具または非金属製治具、あるいは半導体を含む非金属材料を表面に塗布した金属製治具、もしくは半導体を含む非金属材料を複合させた金属製治具とし、かつ、該治具の内部あるいは外部から該治具を冷却させることができるようにした請求項2記載の半溶融亜鉛合金の成形方法。

【請求項4】 結晶核の生成を、治具または断熱容器のいずれか、もしくは両方に接触する亜鉛合金溶湯に振動を与えることとする請求項1記載または請求項2記載の半溶融亜鉛合金の成形方法。

【請求項5】 亜鉛合金を、共晶点以下のアルミニウムを含む亜鉛合金とした請求項1記載または請求項2記載の半溶融亜鉛合金の成形方法。

【請求項6】 液相線温度に対する過熱度は100℃未満に保持した亜鉛合金溶湯を、治具を使用することなく直接、断熱容器に注ぐ請求項5記載の半溶融亜鉛合金の成形方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は半溶融亜鉛合金の成形方法に係り、特に、結晶核を有する液相線温度

以上の液体状態の亜鉛合金、または、結晶核を有する成形温度以上の液体状態の亜鉛合金を断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、液中に微細な初晶を発生させてから加圧成形する半溶融金属の成形方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

チクソキャスト法は、従来の鑄造法に比べて鑄造欠陥や偏析が少なく、金属組織が均一で、金型寿命が長いことや成形サイクルが短いなどの利点があり、最近注目されている技術である。この成形法（A）において使用されるピレットは、半溶融温度領域で機械攪拌や電磁攪拌を実施するか、あるいは加工後の再結晶を利用することによって得られた球状化組織を特徴とするものである。これに対して、従来鑄造法による素材を用いて半溶融成形する方法も知られている。これは、例えば、等軸晶組織を発生しやすいマグネシウム合金においてさらに微細な結晶を生じせしめるためにZrを添加する方法（B）や炭素系微細化剤を使用する方法（C）であり、またアルミニウム合金において微細化剤としてAl-5%Ti-1%B母合金を従来の2倍～10倍程度添加する方法（D）であり、これら方法により得られた素材を半溶融温度域に加熱し初晶を球状化させて成形する方法である。また、固溶限以内の合金に対して、固相線近くの温度まで比較的急速に加熱した後、素材全体の温度を均一にし局部的な溶融を防ぐために、固相線を超えて材料が柔らかくなる適当な温度まで緩やかに加熱して成形する方法（E）が知られている。

一方、ピレットを半溶融温度領域まで昇温し成形する方法と異なり、球状の初晶を含む融液を連続的に生成し、ピレットとして一旦固化することなく、そのままそれを成形するレオキャスト法（F）が知られている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上述した（A）の方法は攪拌法や再結晶を利用する方法のいずれの場合も煩雑であり、製造コストが高くなる難点がある。また、亜鉛合金においては、（B）、（C）および（D）のような結晶を微細化する方法は、一般的

に知られていない。さらに、(E)の方法では、固相線を越えてから緩やかに加熱して素材の均一加熱と球状化を図ることを特徴とするチクソ成形法が提案されているが、通常のデンドライト組織を加熱してもチクソ組織（初晶デンドライトが球状化されている）には変化しない。

しかも(A)～(E)のいずれのチクソ成形法においても半溶融成形するために、一旦液相を固化しそのピレットを再度半溶融温度領域まで昇温する必要がある、従来鑄造法に比べてコスト高になる。また、(F)の方法では、球状の初晶を含む融液を連続的に生成供給するため、コスト的、エネルギー的にもチクソキャストよりも有利であるが、球状組織と液相からなる金属原料を製造する機械と最終製品を製造する鑄造機との設備的連動が煩雑である。

本発明は、上述の従来の各方法の問題点に着目し、ピレットを使用することなく、しかも、煩雑な方法をとることなく、簡便容易に、微細な初晶を有する半溶融亜鉛合金を得て、加圧成形する方法を提案することを目的とするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】

このような課題を解決するために、本発明においては、第1の発明では、結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の亜鉛合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の亜鉛合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、液中に微細な初晶を該亜鉛合金液中に晶出させ、該亜鉛合金を成形用金型に供給して加圧成形することとした。

また、第2の発明では、第1の発明における結晶核の生成方法を、液相線温度に対して過熱度を300℃未満に保持された合金溶湯を該合金の融点よりも低い温度の治具の表面に接触させることとした。

さらに、第3の発明では、第2の発明の治具を、金属製治具または非金属製治具、あるいは半導体を含む非金属材料を表面に塗布した金属製治具、もしくは半導体を含む非金属材料を複合させた金属製治具とし、かつ、該治具の内部あるいは外部から該治具を冷却することができるようにした。

また、第4の発明では、結晶核の生成を、治具または断熱容器のいずれか、も

しくは両方に接触する亜鉛合金溶湯に振動を与えることとした。

第5の発明では、第1の発明や第2の発明の亜鉛合金を、非晶点以下のアルミニウムを含む亜鉛合金とした。

そして、第6の発明では、液相線温度に対する過熱度を100℃未満に保持した亜鉛合金溶湯を、治具を使用することなく直接断熱容器に注ぐようにした。

【0005】

【発明の実施の形態】

結晶核を有する液相線以上の液体状態の亜鉛合金や結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の亜鉛合金を、断熱効果を有する断熱容器の中で成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することによって、液中に微細かつ球状化した初晶を発生させ、該亜鉛合金を成形用金型に供給して加圧成形することにより、均質な組織の優れた成形体を得られる。

【0006】

【実施例】

以下図面に基づいて本発明の実施例の詳細について説明する。図1～図5は本発明の実施例に係り、図1は亜共晶組成の亜鉛合金の半熔融金属の成形方法を示す工程説明図、図2は球状初晶の生成から成形までの成形方法を示す工程説明図、図3は図2に示した各工程の金属組織模式図、図4は代表的な亜鉛合金であるZn-Al系2元合金平衡状態図、図5は本発明例の成形品の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。また、図6は比較例の成形品の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【0007】

本発明においては、図1、図4に示すように、まず

(1) 液相線温度に対して過熱度を300℃未満に保持した亜共晶亜鉛合金の溶湯を、その合金の融点よりも低い温度の治具の表面に接触させて液中に結晶核を発生させ、あるいは

(2) 液相線温度に対する過熱度は100℃未満に保持した亜鉛合金の溶湯を、治具を使用せず直接に断熱効果を有する断熱容器に注ぎ、その断熱容器内において液相線温度以下でかつ共晶温度あるいは固相線温度より高い温度の状態に5秒

間～60分間保持することで微細な球状の初晶を多数発生させ、所定の液相率で成形する。

所定の液相率とは、加圧成形に適する液相の量比を意味し、ダイカスト鑄造、スクイズ鑄造などの高圧鑄造では液相率は20%～90%、好ましくは30%～70%（30%未満では素材の成形性が劣り、70%以上では素材が軟いためハンドリングが難しいばかりでなく、均一な組織が得難くなる）とし、押出法や鍛造法では、0.1%～70%、好ましくは0.1%～50%（50%以上では組織の不均一が生じる惧れがある）とする。

また、本発明でいう断熱容器とは、金属製容器または非金属製容器とするか、あるいは半導体を含む非金属材料を表面に塗布した金属製容器、もしくは半導体を含む非金属材料を複合させた金属製容器とし、かつ、該容器の内部あるいは外部から該容器の加熱または冷却が可能なものである。

【0008】

具体的には以下のとおりの手順により作業を進める。図2および図3の工程[1]においてラドル10内に入れられた完全液体である金属Mを工程[2]において、(a)冷却用治具20を用いて低温溶湯から結晶核を発生させ断熱効果を有するセラミック製容器30に注ぐ、または、(b)融点直上の低温溶湯を直接、断熱効果を有する断熱容器30（セラミックコーティング金属容器30A）に注ぐ、のいずれかの方法により多数の結晶核を含む液相線直下の合金を得る。つぎに工程[3]において、該断熱容器30（または30A）において該合金を半溶融状態で保持する。この間、導入された結晶核から超微細な非デンドライト状初晶が生成し（[3]-a）、融体の温度低下に伴う固相率の増加につれて球状の初晶として成長する（[3]-c）。このようにして得られた所定の液相率を有する金属Mを例えば[3]-dのようにダイキャストの射出スリーブ40に挿入した後、ダイキャストマシンの金型キャビティ50a内で加圧成形して成形品を得る。

【0009】

図1、図2、図3に示す本発明と従来のチクソキャスト法、レオキャスト法の違いは図より明らかである。すなわち、本発明では従来法のように、半溶融温度

領域で晶出したデンドライト状の初晶を機械攪拌や電磁攪拌で強制的に破碎球状化することではなく、液中に導入された結晶核を起点として半熔融温度領域での温度低下とともに晶出、成長する多数の初晶が合金自身が持っている熱量により（必要に応じて外部から加熱保持されることもありうる）連続的に球状化されるものであり、また、チクソキャスト法におけるピレットの再昇温による半熔融化の工程が省かれているため極めて簡便な方法である。

上述した各工程、すなわち、図2に示す冷却用治具20への注湯工程、初晶の生成、球状工程、成形工程のそれぞれにおいて設定された鑄造条件、球状化条件および成形条件や第2の発明、第6の発明で示した数値限定理由について以下に説明する。

【0010】

鑄造温度が融点に対して300℃以上高ければ、あるいは治具20の表面温度が融点以上の場合では、

- (1) 結晶の核発生が少なく、しかも、
- (2) 断熱効果を有する断熱容器に注がれた時の溶湯Mの温度が液相線よりも高いために残存する結晶核の割合も低く、初晶のサイズが大きくなる。

このため、鑄造温度は液相線に対する過熱度が300℃未満とし、治具の表面温度は、合金の融点よりも低くする。なお、液相線に対する過熱度を100℃未満とすることにより、また、治具20の温度を溶湯Mの融点よりも50℃以上低くすることにより、より微細な初晶サイズとすることができる。治具20に溶湯Mを接触させる方法としては、治具の表面を溶湯Mを移動させる場合（傾斜した治具20へ溶湯を流す）と溶湯中を治具20が移動する場合の2種類がある。なお、ここで言う治具とは、溶湯が流下する際に冷却作用を溶湯に与えるものを言うが、これに代えて、例えば、給湯機の筒状パイプを使用してもよい。液相線直下に低下した溶湯を保持する断熱容器30は、発生した初晶を球状にし所定時間後に希望する液相率にするために、断熱効果を有するものとする。その材質は限定されるものではなく、保温性を有し、しかも、溶湯との濡れ性が悪いものが好ましい。また、通気性のあるセラミック容器を断熱容器30として使用し、合金が酸化しやすい組成の場合には、容器外部を所定の雰囲気（不活性雰囲気、減圧

雰囲気など) にすることが望ましい。なお、断熱容器30の形状は筒状に限定されるものではなく、その後の成形法に適した形状が可能である。また、断熱容器でなくセラミック製の射出スリーブへ直接投入するようにしてもよい。その断熱容器30での保持時間が5秒未満であれば、希望する液相率を示す温度にすることが容易ではなく、また球状の初晶を生成することが困難である。一方、保持時間が60分を超えると生成した球状初晶や共晶組織が粗くなり機械的性質が低下する。このため保持時間は5秒～60分とする。なお、高圧鑄造では成形直前の液相率が20%未満であれば成形時の変形抵抗が高く良好な品質の成形品を得ることが容易でない。また90%を超えると均一な組織を有する成形品を得ることができない。このため、前述したとおり成形時の液相率は20%～90%とすることが好ましい。さらに、実質の液相率を30%～70%にすることにより、さらに均質でかつ高品質の成形材を容易に加圧成形できる。加圧成形する手段としては、スクイズ鑄造法やダイキャスト鑄造法に代表される高圧鑄造法に限定されるものではなく、押出法、鍛造法などの加圧成形する種々の方法が含まれる。

【0011】

溶湯Mを接触させる治具20は、溶湯の温度を低下させることができるものであればその材質を限定するものではないが、特に熱伝導率の高い銅、銅合金、アルミニウム、アルミニウム合金などの金属で、しかも一定の温度以下に維持できるように冷却管理された治具20は結晶核を多く生成するので好ましい。なお、溶湯Mが治具20に接触した時に固体状に金属が治具20に付着するのを防ぐために非金属材料を塗布するのは効果的である。塗布する方法としては、機械的、化学的、あるいは物理的方法のいずれでも構わない。

【0012】

亜鉛合金は等軸晶組織を形成しやすいため、治具20を用いずに微細球状の初晶を得ることが比較的容易にできる。この場合には、液相線に対する過熱度を100℃未満にするのは、断熱効果を有する断熱容器30に注いだ合金を、結晶核を有する液体状態、または結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態にするためである。注がれた断熱容器30内の溶湯の温度が高ければ、一度生成した結晶核の再溶解あるいは初晶の粗大化が起こり、希望する半溶融組織が得られない。

また所定の液相率まで温度が低下するために時間がかかりすぎ能率が悪く、注がれた溶湯Mの湯面が酸化されるために不都合である。

表1に成形前の半熔融金属の条件および成形材の品質を示す。成形は図2に示すように半熔融金属をスリーブ内に挿入し、その後スクイズ鑄造機を用いて行なった。成形条件は、加圧力 950 kgf/cm^2 、射出速度 1.0 m/s 、金型温度 200°C とし、製品形状は、厚みが 2 mm 、 5 mm 、 10 mm と長手方向に変化し、幅 100 mm 、長さ 200 mm の平板とした。

【0013】

【表1】

		成形前の半溶融金属の条件										成形品の品質				
	No	合金組成	鋳造温度(℃)	冷却治有	冷却治無	冷却治温度(℃)	容器内メタル温度(℃)	保持時間(分)	成形直前の液相率(%)	内偏折	初晶サイズ(μm)	不定形初晶の量	外観	備考		
本発明例	1	Zn-2.5%A1	430	有		36	397	6	60	○	135	○	○			
	2	Zn-2.5%A1	429	有		45	398	9	50	○	150	○	○			
	3	Zn-2.5%A1	440	有		48	398	12	40	○	160	○	○			
	4	Zn-4%A1	425	有		38	399	8	50	○	130	○	○			
	5	Zn-2.5%A1	410	無		—	400	8	50	○	190	○	○			
	6	Zn-4%A1	400	無		—	391	7	50	○	175	○	○			
	7	Zn-2.5%A1	430	無		—	407	11	50	○	135	○	○	振動(100Hz、振幅0.1mm)		
	8	Zn-2.5%A1	680	有		27	399	9	50	○	125	○	○	水冷冷却治具使用		
比較例	9	Zn-2.5%A1	440	有		410	408	10	50	×	410	×	△	治具の温度が高い		
	10	Zn-4%A1	700	有		34	434	19	50	×	660	×	×	鋳造温度が高い		
	11	Zn-2.5%A1	430	有		37	398	65	15	○	320	○	×	保持時間が長い		
	12	Zn-2.5%A1	430	有		42	399	0.03	91	×	※1		△	保持時間が短い、液相率高い		
	13	Zn-2.5%A1	430	有		35	398	1.33	50	×	※2		△	常温金属製(非断熱)容器使用		

偏析：○少ない、×多い
不定形初晶の量：○少ない、×多い
外觀：○良い、△並、×悪い

※1 デンドライト状の初晶
※2 球状+デンドライト状の初晶

Zn-2.5%A1 融点 400℃
Zn-4%A1 融点 390℃

【0014】

比較例9では、溶湯Mを接触させる治具20の温度が高すぎるために結晶核の

発生が少なく、このために微細球状の初晶が得られず、不定形の粗大な初晶となる。比較例10では、鑄造温度が高すぎるために、セラミック製容器30内において残存する結晶核がほとんどなく、比較例9と同様な現象を示す。比較例11では保持時間が長いために液相率が少なく外観がよくない。また、初晶サイズも大きい。比較例12ではセラミック製容器30内での保持時間が短く、しかも液相率が高いために、図6に示すような成形品内部の成分偏析が多く発生する。比較例13では、断熱効果の非常に小さい金属容器を使用したために、断熱容器30の内壁に生成したデンドライト状の凝固層が容器中心部に生成された球状初晶に混在することになり、偏析を含む不均質な組織を示す。

一方、本発明例1～8では、図5に示すような200 μ m以下の微細な球状の初晶を有する均質な組織が得られ、しかも良好な外観の成形体を得られる。

【0015】

【発明の効果】

以上説明したことからも明らかなように、本発明に係る半熔融亜鉛合金の成形方法では、(1)結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、あるいは(2)液相線温度に対して過熱度を300℃未満に保持された合金溶湯を該合金の融点よりも低い温度の治具の表面に接触させることにより結晶核を発生させて、微細かつ球状化した初晶を該合金の液中に発生させ、所定の液相率になった半熔融状態の該合金を成形用金型に供給して加圧成形することにより、従来の機械攪拌法、電磁攪拌法によらず、簡便容易に、かつ、低コストで微細かつ球状の組織を有する成形体を得られる。

また、液相線温度に対する過熱度は100℃未満に保持した亜鉛合金溶湯を治具を使用せず直接に、断熱容器の中に注ぎ、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、同様に、微細かつ球状化した初晶を発生させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明に係る亜共晶組成の亜鉛合金の半熔融金属の成形方法を示す工程説明図である。

【図2】

本発明に係る球状初晶の生成から成形までの成形方法を示す工程説明図である。

【図3】

図2に示した各工程の金属組織模式図である。

【図4】

本発明に係る代表的な亜鉛合金であるZn-A1系2元合金平衡状態図である。

【図5】

本発明例の成形品の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【図6】

比較例の成形品の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【符号の説明】

10 ラドル

20 冷却用治具

30 断熱容器（セラミック製容器）

30A セラミックコーティング金属容器

40 射出スリーブ

50 金型

50a 金型キャビティ

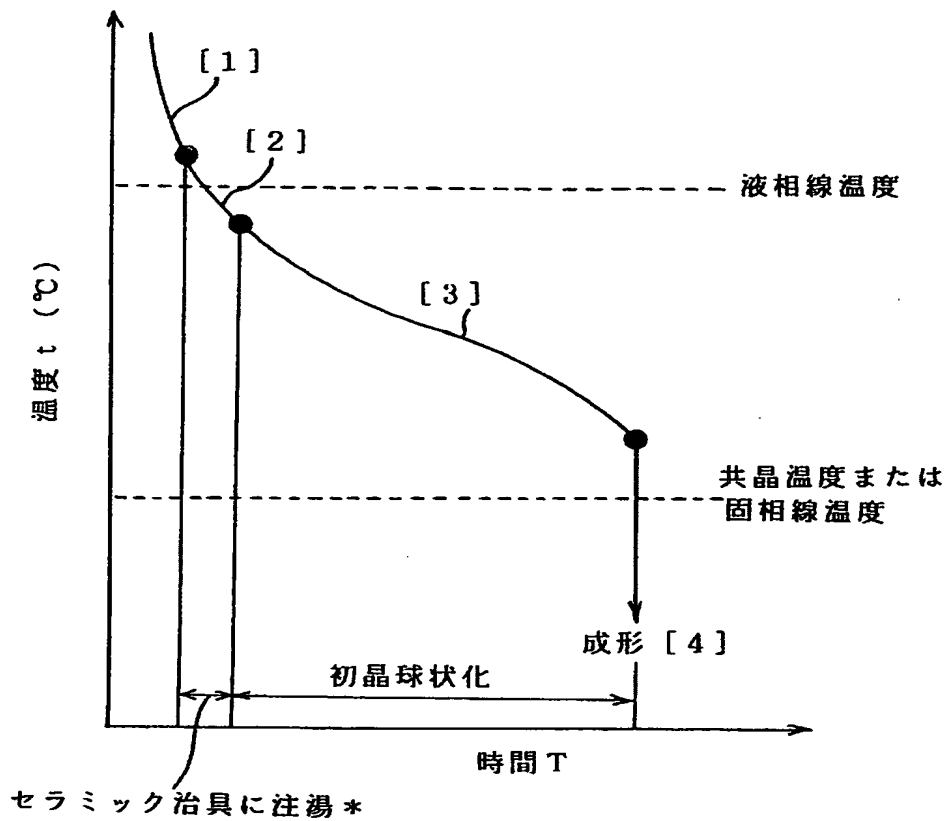
M 金属（溶湯）

t 温度

T 時間

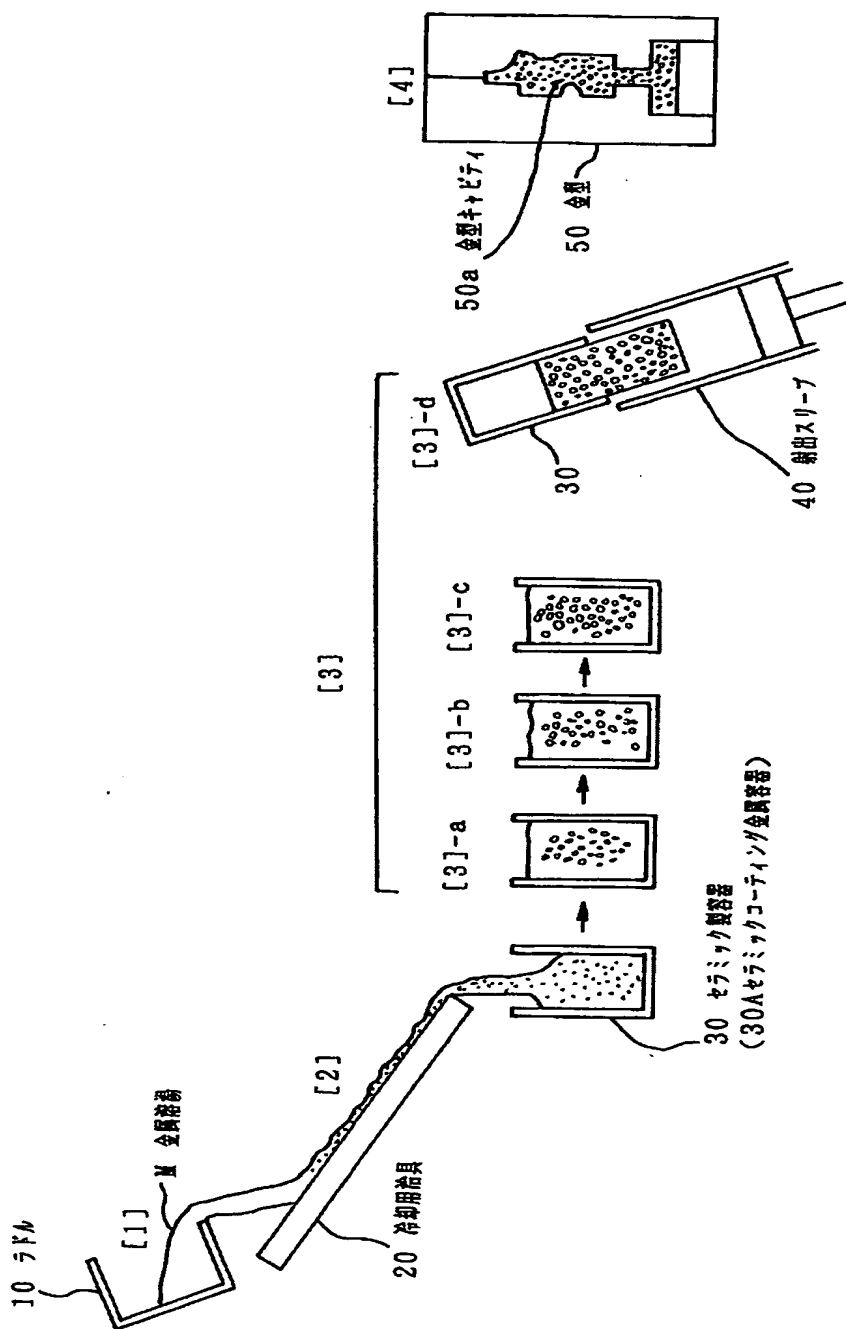
【書類名】 図面

【図1】

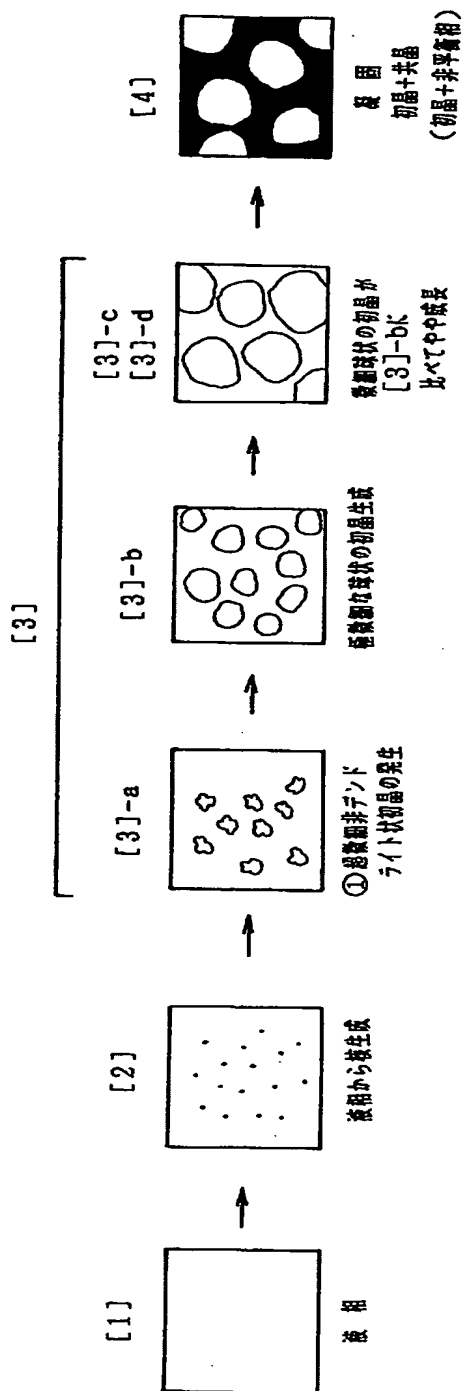


*冷却治具を使用する場合と
使用しない場合がある

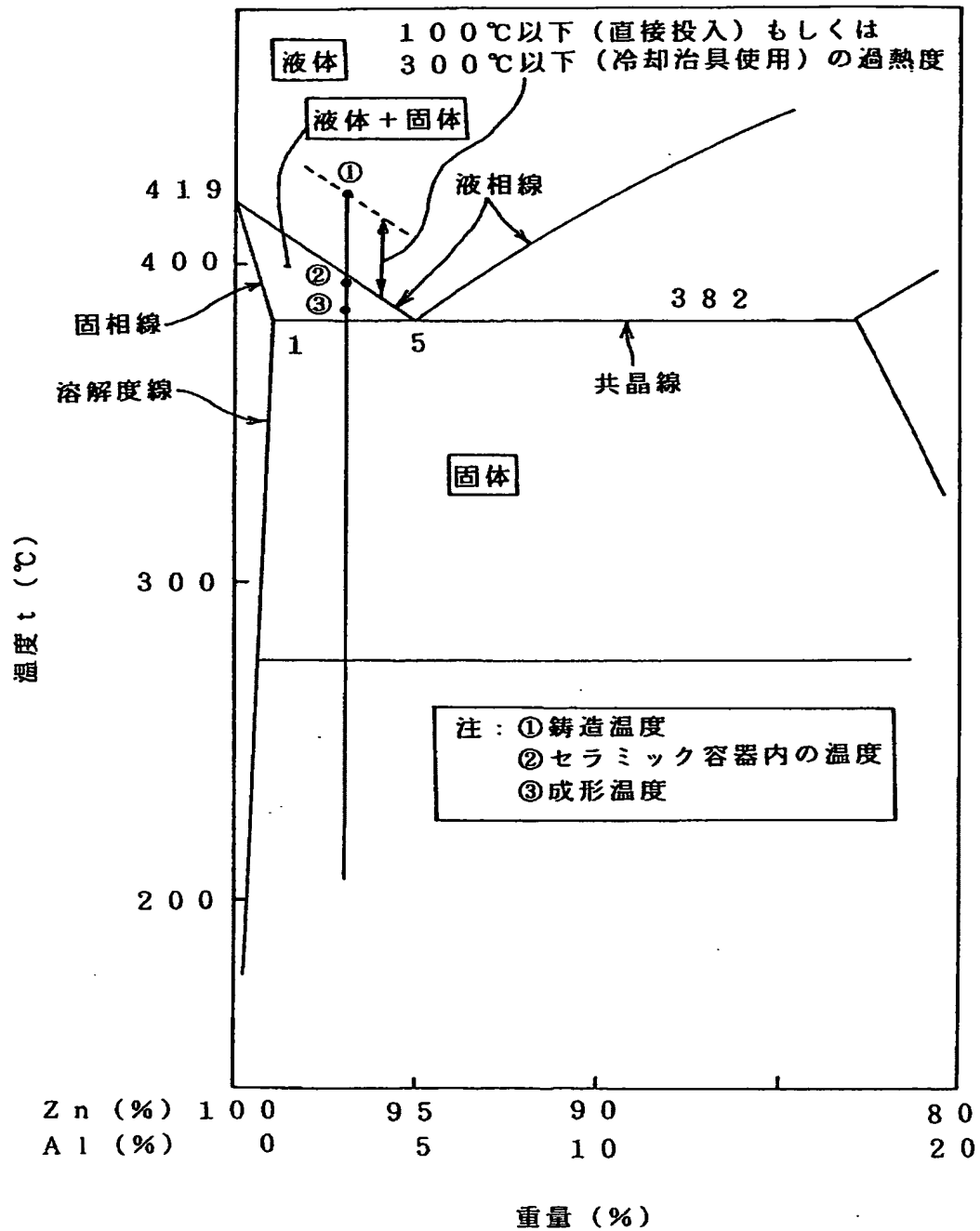
【図2】



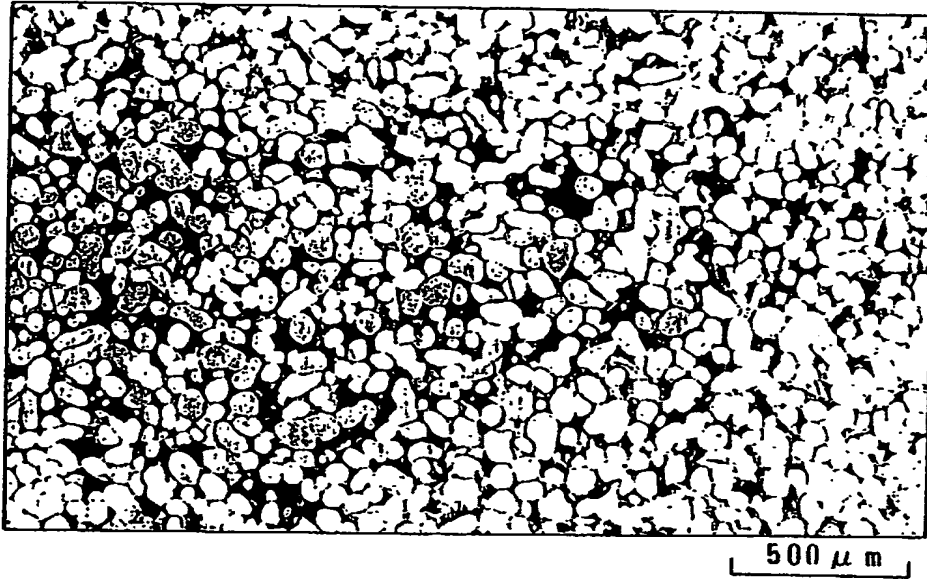
【図 3】



【図4】



【図5】



【図6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 従来の機械攪拌法や電磁攪拌法によらず、簡便容易に、かつ、低コストで微細かつ球状のチクソ組織を有する成形体を得られる半熔融亜鉛合金の成形方法を提案するものである。

【解決手段】 結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の亜鉛合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の亜鉛合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、液中に微細な初晶を該亜鉛合金液中に晶出させ、該亜鉛合金を成形用金型に供給して加圧成形するものである。

【選択図】 図2

【書類名】

職権訂正データ

【訂正書類】

特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

申請人

【識別番号】

000000206

【住所又は居所】

山口県宇部市西本町1丁目12番32号

【氏名又は名称】

宇部興産株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000206]

1. 変更年月日	1990年 8月28日
[変更理由]	新規登録
住 所	山口県宇部市西本町1丁目12番32号
氏 名	宇部興産株式会社